

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-280082

(43)Date of publication of application : 20.10.1998

(51)Int.Cl.

C22C 32/00  
 B22F 3/26  
 C04B 41/88  
 C22C 1/04  
 C22C 1/05  
 C22C 1/10

(21)Application number : 09-093467

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD  
ADVANCED MATERIAL KK

(22)Date of filing : 11.04.1997

(72)Inventor : OMACHI MASAHIRO  
ABE YUUGAKU  
FUKUI AKIRA

## (54) COMPOSITE ALLOY MEMBER, AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a composite alloy member consisting of a first component containing Ag, Cu, Al, etc., and a second component containing W, Mo, Cr, WC, SiC, etc., having higher melting points than the above elements and obtained by a sintering method where sintering is performed by the liquid phase of the first component or an infiltration method where the melt of the first component is infiltrated into the pores of the second component.

SOLUTION: This composite alloy member is composed of either of the following compound component systems: a compound component system where a first component contains Ag and/or Cu and a second component contains at least one element among W, Mo, Cr, and WC; a compound component system where a first component contains Al and the second component contains at least one kind among SiC, AlN, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, and BN. Further, the surface free from the fracture part of the first and the second component is exposed over the whole outside peripheral surface, excluding the intersecting part of its plural planes, and the omission part of the second component grains is not observed.

(a)



(b)



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.09.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-280082

(43) 公開日 平成10年(1998)10月20日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 2 2 C 32/00

C 2 2 C 32/00

Z

B 2 2 F 3/26

B 2 2 F 3/26

A

C 0 4 B 41/88

C 0 4 B 41/88

U

C 2 2 C 1/04

C 2 2 C 1/04

Z

1/05

1/05

Z

審査請求 未請求 請求項の数25 O L (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-93467

(22) 出願日

平成9年(1997)4月11日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(71) 出願人 597051090

アドバンストマテリアル株式会社

山形県酒田市大字十里塚字村東山398番15号

(72) 発明者 大町 正弘

山形県酒田市大字十里塚字村東山398番15号 アドバンストマテリアル株式会社内

(74) 代理人 弁理士 上代 哲司 (外2名)

最終頁に続く

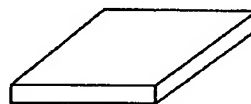
(54) 【発明の名称】 複合金部材及びその製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 Ag、Cu及びAl等を含む第一成分と、これらよりも高い融点を有するW、Mo、Cr、WC、SiC等を含む第二成分からなり、第一成分の液相によって焼結する焼結法、または第一成分の融液を第二成分の空孔部に溶浸する溶浸法によって得られる複合金部材。

【解決手段】 第一成分が、Ag、Cuの少なくとも1種を含み、第二成分がW、Mo、Cr、WCの少なくとも1種を含む複合成分系、または第一成分がAlを含み、第二成分がSiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BNの少なくとも1種を含む複合成分系のいずれかの複合成分系からなる複合金部材であって、その複数の面の交差部分を除く外周全表面にわたって、第一成分、第二成分の破断部の無い表面が露呈しているとともに、第二成分粒子の欠落部が無い複合金部材。

(a)



(b)



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 第一成分が Ag、Cu の少なくとも一種を含み、第二成分が W、Mo、Cr、WC の少なくとも一種を含む複合成分系、または第一成分が Al を含み、第二成分が SiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BN の少なくとも一種を含む複合成分系のいずれかの複合成分系からなる複合合金部材であって、その複数の面の交差部分を除く外周全面にわたって、第一成分、第二成分の破断部の無い表面が露呈しているとともに、第二成分粒子の欠落部が無いことを特徴とする複合合金部材。

【請求項 2】 その外周の寸法精度が機械加工品と同程度であることを特徴とする請求項 1 に記載の複合合金部材。

【請求項 3】 第一成分が Ag、Cu の少なくとも一種を含み、第二成分が W、Mo、Cr、WC の少なくとも一種を含む複合成分系からなる複合合金部材であって、第一成分の含有量が 5～40 重量%であることを特徴とする請求項 1 に記載の複合合金部材。

【請求項 4】 第一成分、第二成分に加え鉄族元素を全体の 1 重量%以下含有することを特徴とする請求項 3 に記載の複合合金部材。

【請求項 5】 第一成分が Al を含み、第二成分が SiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BN の少なくとも一種を含む複合成分系からなる複合合金部材であって、第一成分の含有量が 5～80 重量%であることを特徴とする請求項 1 に記載の複合合金部材。

【請求項 6】 第一成分、第二成分に加え Ia、IIa、IVa 族各元素、Mn、Cu、Zn、Si、Sn の群から選ばれた少なくとも 1 種の元素を全体の 5 重量%以下含有することを特徴とする請求項 5 に記載の複合合金部材。

【請求項 7】 W、Mo、Cr、WC の少なくとも一種を含む第二成分の多孔体の空孔部に、Ag、Cu の少なくとも 1 種の金属を含む第一成分を溶浸する複合合金部材の製造方法であって、該第二成分を含む粉末を調製する工程と、該粉末を成形するか又は成形後熱処理を行って多孔体とする工程と、Ag、Cu の少なくとも 1 種を含む第一成分の溶浸剤を調製する工程と、該多孔体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、該多孔体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤との混在層を形成する工程と、該多孔体の混在層を形成した面に、該溶浸剤を接触させた状態で、該溶浸剤の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して、該多孔体の空孔部に該溶浸剤を溶浸し、溶浸体を形成する工程と、該溶浸体の表面に付着した溶出防止剤の層並びに混在層の残留物を除去する工程とを含むことを特徴とする複合合金部材の製造方法。

【請求項 8】 前記第二成分を含む粉末は、複合合金部材に所望される第一成分の量よりも少ない量で該成分を含むことを特徴とする請求項 7 に記載の複合合金部材の

製造方法。

【請求項 9】 Ag、Cu、の少なくとも 1 種の金属を含む第一成分と、W、Mo、Cr、WC の少なくとも 1 種を含む第二成分の粉末とからなる混合粉末の成形体を焼結する複合合金部材の製造方法であって、第一成分・第二成分の粉末を所望の組成割合で混合し、混合粉末とする工程と、該混合粉末を成形するかまたは成形後熱処理を行って成形体とする工程と、該成形体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、該成形体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤との混在層を形成する工程と、該成形体を第一成分の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結し焼結体とする工程と、該焼結体の表面に付着した溶出防止剤の層並びに混在層の残留物を除去する工程とを含む複合合金部材の製造方法。

【請求項 10】 前記第二成分を含む粉末または前記混合粉末は、鉄族金属粉末を添加したものであることを特徴とする請求項 7 ないし 9 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 11】 前記溶出防止剤は、Si の酸化物、Al、B、IVa 族各元素の酸化物、炭化物、窒化物の群から選ばれた少なくとも 1 種を含むものであることを特徴とする請求項 7 ないし 10 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 12】 前記溶浸促進剤は、鉄族元素、Cu、Ag の群から選ばれた金属の少なくとも 1 種を含むものであることを特徴とする請求項 7 ないし 10 に記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 13】 前記混在層は、溶出防止剤と溶浸促進剤の重量比率が 1 : 4～2 : 1 の範囲内であることを特徴とする請求項 7 ないし 12 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 14】 SiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BN の少なくとも 1 種を含む第二成分からなる多孔体の空孔部に、Al を含む第一成分を溶浸する複合合金部材の製造方法であって、第二成分を含む粉末を調製する工程と、該粉末を成形するかまたは成形後熱処理を行って多孔体とする工程と、Al を含む第一成分の溶浸剤を調製する工程と、該多孔体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、該多孔体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤の混在層を形成する工程と、該多孔体の混在層を形成した面に該溶浸剤を接触させた状態で、該溶浸剤の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して、該多孔体の空孔部に該溶浸剤を溶浸し、溶浸体を形成する工程と、該溶浸体の表面に付着した溶出防止剤の層または混在層の残留物を除去する工程とを含むことを特徴とする複合合金部材の製造方法。

【請求項 15】 前記第二成分を含む粉末は、複合合金部材に所望される第一成分の量よりも少ない量で該成分を含むことを特徴とする請求項 14 に記載の複合合金部材

の製造方法。

【請求項 16】 前記第二成分を含む粉末および/または前記 A I を含む第一成分の溶浸剤には、I a、I I a、V I a 族各元素、Mn、Cu、Zn、Si、Sn の群から選ばれた少なくとも 1 種の金属を含むものであることを特徴とする請求項 14 および 15 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 17】 A I を含む第一成分と、SiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BN の少なくとも 1 種を含む第二成分の粉末とからなる混合粉末の成形体を焼結する複合合金部材の製造方法であって、第一成分・第二成分の粉末を所望の組成割合で混合し、混合粉末とする工程と、該混合粉末を成形するかまたは成形後熱処理を行って成形体とする工程と、該成形体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、該成形体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤との混在層を形成する工程と、該成形体を第一成分の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結し焼結体とする工程と、該焼結体の表面に付着した溶出防止剤の層並びに混在層の残留物を除去する工程とを含む複合合金部材の製造方法。

【請求項 18】 前記第二成分を含む粉末または前記混合粉末は、I a、I I a、I V a 族各元素、Mn、Cu、Zn、Si、Sn の群から選ばれた少なくとも 1 種の金属を含むものであることを特徴とする請求項 17 に記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 19】 前記溶出防止剤は、A I、B、I V a 族各元素の酸化物、炭化物、窒化物および鉄族元素金属の群から選ばれた少なくとも 1 種を含むものであることを特徴とする請求項 14 ないし 18 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 20】 前記溶浸促進剤は、A I、Sn、Zn、Mg、Ca の群から選ばれた少なくとも 1 種の金属を含むものであることを特徴とする請求項 14 ないし 18 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 21】 前記混在層は、溶出防止剤と溶浸促進剤の重量比率が 1 : 4 ~ 2 : 1 の範囲内であることを特徴とする請求項 14 ないし 18 のいずれかに記載の複合合金部材の製造方法。

【請求項 22】 前記請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の複合合金部材を用いた半導体装置。

【請求項 23】 前記請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の複合合金部材を用いた給配電装置用部材。

【請求項 24】 前記請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の複合合金部材を用いた放電加工用電極。

【請求項 25】 前記請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の複合合金部材を用いた溶接用電極。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、Ag、Cu 及び A I 等を含む第一成分と、これらよりも高い融点を有する

W、Mo、Cr、WC、SiC 等を含む第二成分からなり、第一成分の液相によって焼結する焼結法、または第一成分の融液を第二成分の空孔部に溶浸する溶浸法によって得られる複合合金部材に関するもので、特に溶浸又は焼結後に簡単に表面残留物を除去する程度で通常の機械加工を要しない、いわゆるネットシェイプの同部材に関する。本発明では、特に広く電力系及び電子系の装置用の部材、特に電気接点等の給配電器機用の部材、半導体装置、各種溶接用又は放電加工用の電極等に用いられるものを主に対象とする。

【0002】

【従来の技術】 従来 Ag 又は Cu を第一成分とし、W、Mo、Cr、WC を第二成分とする複合合金材料は、導電性・放熱性・耐電気アーク性等に優れているため、広く電力系、電子系の装置用部材として利用されてきた。これらの複合合金材料は、従来より第一成分の溶融点以上の温度で同成分を第二成分の多孔体中に溶浸する、いわゆる溶浸法か、または第一・第二の成分の混合粉末を成形した後、第一成分の溶融点以上の温度で焼結する、いわゆる焼結法を主体に製造されてきた。その他にも例えば第一・第二成分の混合粉末を第一成分の溶融点未満の温度で、熱間押出成形や熱間ロール成形により固化する製造方法もある。

【0003】 さらに A I を第一成分とし SiC を第二成分とする複合材料は、軽量であることおよびその優れた機械的特性を生かした軽量構造部材として、またその高い熱伝導性を生かした半導体装置の部材として広く利用されている。これらの複合合金材料は、従来主として第二成分である SiC 粉末を成形した多孔体を作り、第一成分である A I の溶融点以上の温度で、多孔体の空孔内に同成分を溶浸する方法によって製造されてきた。例えば米国特許 4828008 号公報には、SiC 多孔体の空孔部に A I または A I 合金を溶浸する種々の手段が開示されている。また特開平 8-330465 号公報や特開昭 60-138043 号公報に記載されているように、鑄型内で A I を溶融し、その溶湯中に SiC 粒子を投入し、同粒子を分散させる鑄造法によっても得られる。さらに所望の組成割合の両成分からなる混合粉末を成形、液相焼結する方法もある。さらにこの他に例えば特開昭 64-42505 号公報や特開昭 64-83634 号公報に記載のように、第一・第二成分の混合粉末を第一成分の溶融点未満の温度で、熱間押出成形や熱間ロール成形により固化する製造方法もある。

【0004】 以上述べた方法の内ですまず第一成分の溶融を伴う溶浸または液相焼結による方法では、第一成分の溶融を伴うため同成分の溶融部分が焼成物の外周に溶出して強固に融着して残留する。特にこの溶出残留物は、形状的に入り組んだ部分の面と面の継ぎ目部分や側面部分に貯まり易く、複雑形状品ではその取り除き加工に多大の手間がかかる。

【0005】また外周形状の寸法精度を維持し、焼成後の機械加工を簡素化しようとしても、例えば一軸加圧方式の粉末成形法を採る場合、粉末成形後の成形体内の部処によって成形密度の差が顕著になり易く、その後の焼成収縮が大きく(例えば10%以上)なる場合、同収縮によって焼成品に変形が生じ易い。そのため焼成したままの状態では所望の外周寸法公差をクリアできないのが通常であった。これは第二成分粉末粒子が剛性のある圧縮性に乏しい粒子であることにも起因している。当然のことながら複雑形状の品物では特に顕著に現れる現象でもある。したがって、この変形の取り代を見込んで大きめの成形体を準備し、焼成後表面の余肉部分及び強固に融着した第一成分の溶出残留物を、最終的に機械加工を行って除去する必要がある。

【0006】また成形体内の成形密度分布の幅を小さく抑え、最終的な焼成収縮時の部分部分による収縮量の差を減らし、変形を抑えるために、例えばゴム型による静水圧成形を利用したり、ドクターブレード成形を利用する試みもなされてきた。さらに粉末自体の成形時の充填性を上げて成形密度を高め、その結果焼成時の収縮量を抑えて変形量を減らす試みもなされてきた。例えば造粒を行ったり、また例えば1994年“International Conference on Tungsten”の253~257頁に記載されているように、第二成分である原料粉末を粒径の大きいものと小さいものの適量混成物とし、それによって粉末の嵩を減らして成形時の成形型への粉末充填性を高める手段も考えられてきた。以上の成形法改善によって焼成収縮による変形は、ある程度抑制されることが確認されている。

【0007】そこで溶出部の除去加工量を減らし、なおかつ焼成後の収縮変形を低減する試みが種々行われてきた。例えば特開平7-135276号公報には、(1)第二成分であるW粉末を射出成形法によって成形した後、第一成分であるCuを溶浸するCu-W複合金部材の製造方法が開示されている。この場合多量の有機バインダーをW粉末に添加し、成形後の焼成で成形体を変形させず、ほぼその外周形状を維持できるようにバインダーを除去し、その分成形体に開放空孔部を形成し、同空孔部にCuを溶浸して少ない収縮率で、なおかつほぼ所望の寸法精度の焼け上りの複合金を形成する。

【0008】同公報の手段では、以上の寸法精度維持手段に加え溶浸前の成形体の段階で成形体の一面を除く全ての面に、Wと反応せずCuとは濡れずCuの溶出を防止するいわゆる溶出防止剤を塗布しておき、これらの面上へのCuの溶出を阻止するという手段を併用する。このようにして、溶浸後同塗布面を加工することなく、Cuを溶出させた一面のみの加工で最終製品形状とするというものである。この方法は特に複雑形状部を有する部品を製造する場合に効果がある。つまり複雑形状部の全面に予め溶出防止剤の層を形成しておいて、単純形状面

一面にCuを選択的に溶出させれば、溶浸後の機械加工の手間が大幅に省けるという利点がある。しかしながらこの方法では、当初から第一成分を所望される量だけ混合する焼結法では、有機バインダーの抜けた多量の空孔部が焼結時の収縮代となるため、大きな収縮を伴う。したがって焼結法では最終寸法精度の確保が難しい。

【0009】Cu-W系複合金材料については特開平8-283802号公報にも、またAl-SiC系複合金材料については特表平5-507123号公報にも、溶出防止剤を用い最終加工作業の軽減を図る同様な手段が開示されている。特表平5-507123号公報には、例えば(2)まずSiC、AlN等の多孔体の一面に溶浸促進剤の層を形成し、他の面には溶出防止剤の層を形成する。次にこの溶浸促進剤の層を形成した面に同層を介してAl溶浸剤を接触させて、同溶浸剤を溶融して多孔体内に溶浸しAl-SiC系複合金素材を形成する方法が開示されている。

【0010】また(3)通常行われる粉末成形法により、その成形形状を工夫することによって機械加工面数を必要最小限に減らす手段を既に我々は確認し、特願平7-265402号として出願している。

【0011】しかしながら、上記(1)~(3)のいずれの方法も必ず第一成分の溶出した面が残るため、その面については、溶浸または液相焼結後に切削加工のように比較的重度の除去加工作業が必要となる。またいずれの方法も焼成時の成形体およびその周辺部のセットアップに手間がかかるという問題がある。

【0012】以上述べてきたように第一成分の溶融点以上で焼成を行う従来の複合金化技術においては、溶出面を必ず一面確保しないと緻密なものが得られないため、最終的な溶出部分の除去加工は避けられない。もし溶出防止剤を全表面に塗布して溶浸すれば、第一成分が溶浸されず、いわゆる鑄物で言う巣が発生し複合金化できない。また第一成分を当初から必要量混合し焼結する、いわゆる焼結法で焼結前の成形体全表面に溶出防止剤を塗布すると、第一成分の内部溶融による体積膨張により成形体自身が損傷し形状の維持ができない。いずれにしても溶融した第一成分の出入り面を作っておく必要がある。したがって、加工作業軽減のために現状で成し得るのは、せいぜい溶出部分を最小限に抑えることである。

【0013】次に前述した第一・第二成分の混合粉末を第一成分の溶融点未満の温度で押出成形固化する方法では、第一成分の溶融が伴わないため、成形品の外周へのその溶出は生じない。このような方法では、加工を省略するため個々に熱間で給粉して成形する手段もある。しかしながら、高温下で成形をおこなうため特に複雑形状品では、硬質の第二成分による金型の摩耗が早いという問題がある。それ故実用的な手段とは成り難い。また液相を生じないため両成分相互の結合力が弱く、材料自体の機械的強度並びに電気的・熱的特性についても、上記

した液相を伴う方法で得られたものに比べ劣るという問題がある。

#### 【0014】

【発明の解決すべき課題】したがって本発明では、上述した課題を解決するために、第一成分の溶融点以上の温度で焼成することによって得られる複合金部材を対象とし、いずれの面にも第一成分の溶出部分が生じないものの製造を可能にし、所望の寸法出しのための重度の機械加工工程を省略できる方法を提供する。さらに本発明では、その方法によって得られる全面がほぼ焼け上がり肌のままで、各種部品として供しうる複合金部材を提供する。

#### 【0015】

【課題を解決するための手段】本発明によって提供される複合金部材は、第一成分がAg、Cuの少なくとも一種を含み、第二成分がW、Mo、Cr、WCの少なくとも一種を含む複合金成分系、または第一成分がAlを含み、第二成分がSiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BNの少なくとも一種を含む複合金成分系のいずれかの系からなる複合金部材であって、その複数の面の交差部分を除く外周全表面にわたって、第一成分および第二成分の破断部の無い表面が露呈しているとともに、同粒子の欠落部が無い複合金部材である。

【0016】すなわち本発明の複合金部材は、その外周全表面にわたってその最表面がほぼ焼け上がりの状態であり、第二成分粒子および第一成分の溶融凝固相が露呈している。鉄鋼でいえば黒皮面に近いものであり、無加工状態か又は軽度加工された状態である。すなわち本発明の複合金部材の外周表面は、どの面をとっても、先ず第二成分粒子がほぼ焼成したままの状態が露呈した表面となっている。ただし複数の面の交差した稜部周辺については、軽度の加工の度合いによっては第二成分粒子の破断部および第一成分の溶融凝固相の破断部が露呈していたり、第二成分粒子の欠落が生じている場合もある。

【0017】マクロに見るとその外周表面には、複数の面の交差した稜部周辺を除いてバレル、サンドブラスト加工等によって生じた(表面を軽く仕上げた程度の)軽度の損傷はあるが、切削加工によるツールマーク、研削加工によるスクラッチ状の傷跡、切断加工による第二成分粒子の破断や欠落した跡のような重度の損傷はない。表面粗さは焼成前の成形時の肌がほぼ維持されるため、切削加工や研削加工による仕上げは行われていないが、ほぼ平滑である。すなわちこのような状態の表面にする切削加工、研削加工、切断加工等の重度の機械加工は行われていない。したがってミクロに見ると、本発明の複合金部材の複数の面の交差した稜部周辺を除いた各面の最表面には、少なくとも第一成分の溶融凝固相の破断した跡、第二成分が粒子内で破断した跡および同粒子が欠落した跡は見られない。

【0018】さらに本発明の複合金部材は、好ましくはこのような焼け上がりに近い状態であっても、十分に所望の機械加工精度程度の外周寸法精度を有するものである。具体的には例えば長さおよび幅がともに25mm程度で、厚みが1mm程度の外周形状品で、長さ・幅方向において外周寸法当りの長さの個体間バラツキ幅が0.4%以内に収まる程度のものである。

【0019】また本発明の複合金部材の内、第一成分がAg、Cuの少なくとも一種を含み、第二成分がW、Mo、Cr、WCの少なくとも一種を含む複合金成分系からなる第一の複合金部材の場合には、実用上特に第一成分の含有量が5~40重量%の組成範囲の複合金部材が製造上および実用上好ましい。さらに同じ複合金成分系では、第一成分、第二成分に加え鉄族元素金属を全体の1重量%以下含有する複合金部材もある。鉄族元素金属とはFe、Ni、Coである。

【0020】次に本発明の複合金部材の内、第一成分がAlを含み、第二成分がSiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BNの少なくとも一種を含む複合金成分系からなる第二の複合金部材の場合には、実用上特に第一成分の含有量が5~80重量%の組成範囲の複合金部材が製造上および実用上好ましい。この場合同じ成分系では、第一成分、第二成分に加えIa、IIa、IVa族各元素、Mn、Cu、Zn、Si、Snの群から選ばれた少なくとも一種の元素を全体の5重量%以下含有する複合金部材もある。

【0021】次に本発明の第一の複合金部材の製造方法について述べる。まずその第一の製造方法は、W、Mo、Cr、WCの少なくとも一種を含む第二成分の多孔体の空孔部に、Ag、Cuの少なくとも一種の金属を含む第一成分を溶浸する複合金部材の製造方法である。その詳細は、以下順に第二成分を含む粉末を調製する工程と、同粉末を成形するか又は成形後熱処理を行って多孔体とする工程と、Ag、Cuの少なくとも一種を含む第一成分の溶浸剤を調製する工程と、同多孔体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、同多孔体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤との混在層を形成する工程と、同多孔体の混在層を形成した面に、溶浸剤を接触させた状態で、溶浸剤の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して、同多孔体の空孔部に溶浸剤を溶浸し、溶浸体を形成する工程と、同溶浸体の表面に付着した溶出防止剤の層並びに混在層の残留物を除去する工程とを含む方法である。なお上記方法の中で本発明での溶出防止剤とは、上記焼成過程で第一成分の溶融液に濡れず、かつ同成分および第二成分とも反応せず、同焼成時に安定な物質である。また溶浸促進剤とは、第一成分融液と第二成分との濡れ性を促進する物質である。好ましい具体的物質の事例については後述する。

【0022】また以上の溶浸法で製造する場合には、上

記第二成分を含む粉末には、複合金部材に所望される第一成分の量よりも少ない量で同成分を含ませる(第一成分を予配合する)方法もある。この方法は当初の第一成分混合量を少な目とし、溶浸時に第一成分の最終所望量に不足する量を溶浸補完する方法である。なお本発明では、以下この方法を予配合溶浸法と呼称する。

【0023】さらに以上述べた第一の製造方法においては、溶浸法、予配合溶浸法とも上記第二成分を含む粉末に、最終の合金中でその全体に対し1重量%以下となるように鉄族元素金属の粉末を添加する方法がある。

【0024】次に本発明の第一の複合金部材の第二の製造方法は、Ag、Cu、の少なくとも1種の金属を含む第一成分と、W、Mo、Cr、WCの少なくとも1種を含む第二成分の粉末とからなる混合粉末の成形体を焼結する複合金部材の製造方法である。その詳細は、以下順に第一成分・第二成分の粉末を所望の組成割合で混合し、混合粉末とする工程と、同混合粉末を成形するかまたは成形後熱処理を行って成形体とする工程と、同成形体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、同成形体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤との混在層を形成する工程と、同成形体を第一成分の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結し焼結体とする工程と、同焼結体の表面に付着した溶出防止剤の層並びに混在層の残留物を除去する工程とを含む方法である。

【0025】この場合にも、上記第一の製造方法同様、上記混合粉末に、最終の合金全体中で1重量%以下となるように鉄族元素金属の粉末を添加する方法がある。

【0026】以上述べた本発明の第一の複合金部材の製造方法で用いられる望ましい溶出防止剤は、Siの酸化物、Al、B、IVa族各元素の酸化物、炭化物、窒化物の群から選ばれた少なくとも1種を含むものである。また望ましい溶浸促進剤は、鉄族元素、Cu、Agから選ばれた金属の少なくとも1種を含むものである。なおこれらを混合した混在層の二剤の好ましい混合割合は、溶出防止剤と溶浸促進剤の重量比率にして1:4~2:1の範囲内である。

【0027】次に本発明の第二の複合金部材の製造方法について述べる。その第一の製造方法は、SiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BNの少なくとも1種を含む第二成分からなる多孔体の空孔部に、Alを含む第一成分を溶浸する複合金部材の製造方法である。その詳細は以下順に第二成分を含む粉末を調製する工程と、同粉末を成形するかまたは成形後熱処理を行って多孔体とする工程と、Alを含む第一成分の溶浸剤を調製する工程と、同多孔体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、同多孔体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤の混在層を形成する工程と、同多孔体の混在層を形成した面に溶浸剤を接触させた状態で、溶浸剤の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して、

同多孔体の空孔部に溶浸剤を溶浸し、溶浸体を形成する工程と、同溶浸体の表面に付着した溶出防止剤の層または混在層の残留物を除去する工程とを含む方法である。

【0028】また以上の溶浸法で製造する場合には、第二の複合金部材の製造方法でも第一の複合金部材のそれ同様、予配合溶浸法がある。さらに以上述べた第一の製造方法においては、溶浸法、予配合溶浸法とも最終の合金全体中で5重量%以下となるように、従成分としてIa、IIa、IVa族各元素、Mn、Cu、Zn、Si、Snの群から選ばれた少なくとも1種の金属を含ませる方法がある。これらの従成分を含ませる手段は三通りある。第一は第二成分を含む粉末に添加する。第二は予配合成分として混合する第一成分の粉末に添加する。第三は第一成分を含む溶浸剤に含める。この場合第二・第三の手段では、上記従成分をAlとは別に単独に含ませてもよいし、予めAlとの合金の状態でも含ませてもよい。なお通常Ia、IIa族元素の金属の場合には、予めAlと合金化した状態で用いる。

【0029】なお以上述べた溶浸法または予配合溶浸法による第二の複合金部材の製造方法では、第二成分を含む多孔体を形成する上でその空孔率に制約があり、その上限は50体積%である。したがって実質的に実施可能な第一成分Alの上限量は重量比率で約45%程度までである。その下限量については、多孔体の空孔が開放空孔であれば特に技術的な制約は無いが、本複合金部材の実用的な価値から見てその好ましい下限量は5重量%程度である。

【0030】次に本発明の第二の複合金部材の第二の製造方法は、Alを含む第一成分と、SiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、BNの少なくとも1種を含む第二成分の粉末とからなる混合粉末の成形体を焼結する複合金部材の製造方法である。その詳細は、以下順に第一成分・第二成分の粉末を所望の組成割合で混合し、混合粉末とする工程と、同混合粉末を成形するかまたは成形後熱処理を行って成形体とする工程と、同成形体の少なくとも一つの面上に、溶出防止剤の層を形成するとともに、同成形体の残りの面上に、溶浸促進剤と溶出防止剤との混在層を形成する工程と、同成形体を第一成分の溶融点以上の温度下、非酸化性雰囲気中で加熱して焼結し焼結体とする工程と、同焼結体の表面に付着した溶出防止剤の層並びに混在層の残留物を除去する工程とを含む方法である。

【0031】なおこの第二の製造方法の場合には、第一成分であるAlの製造上での制約による上限値並びに下限値は無い。ただし本複合金部材の実用的な価値から見てその好ましい第一成分のAlの範囲は、5重量%程度ないし80重量%程度である。

【0032】この第二の製造方法の場合にも、上記第一の製造方法同様、上記混合粉末に、最終の合金全体中で5重量%以下となるようにIa、IIa、VIA族各元



素、Mn、Cu、Zn、Si、Snの群から選ばれた少なくとも1種の金属を含ませる方法がある。この場合これらの金属は単独で添加してもよいし、第一成分であるAlと予め合金化した状態で含ませてもよい。なお通常Ia、IIa族元素の金属については、予めAlと合金化された状態で用いる。

【0033】以上述べた本発明の第二の複合金部材の製造方法で用いられる望ましい溶出防止剤は、Al、B、IVa族各元素の酸化物、炭化物、窒化物の群から選ばれた少なくとも1種を含むものである。また望ましい溶浸促進剤は、Al、Sn、Mg、Zn、Caの群から選ばれた金属の少なくとも1種を含むものである。この場合通常はMg、CaはAlにその合金成分として含ませて用いる。なおこれらを混合した混在層の二剤の好ましい混合割合は、溶出防止剤と溶浸促進剤の重量比率にして1:4~2:1の範囲内である。

【0034】

【発明の実施の形態】以上述べたように本発明によれば、溶浸または焼結後の複合金素材の段階で、全面にわたって面上に強固に融着した第一成分の溶出部がなく、これを除去する重度の機械加工が不要となる。さらに最終合金形状に応じて、その製造の手順を適宜組み合わせることによって全面外周加工を行うことなく、外周の寸法がほぼ実用上支障の無い程度に、所望した寸法精度内に収まったものが得られる。なお表面には溶出防止剤および若干の粒状の第一成分を含んだ残留物が残るが、これは簡単な除去手段によってほぼ取り除くことができる。したがって本発明品では所望の寸法精度のものとするための切削加工、研削加工等のような表面を削除する重度の機械加工は要らない。それ故安価に製造できる。ただし切削加工のように完全に溶出防止剤の成分を取り除くことはできず、通常軽度の仕上げを行った最表面に実用上支障のない程度(複合金全体の500ppm以下程度であり、表面をX線マイクロアナライザーで分析することによってその散在が確認できる程度)溶出防止剤が残留する。

【0035】また残留物を取り除いた面上に各種の被覆層を形成する場合でも、通常重度に機械加工された面と何ら変わらない条件で形成できる。例えば電気接点では、その表面に密着強度の高い良質なAgメッキを容易に行うことができ、台金に各種のロウ付けによって高い強度の接合を行うこともできる。また半導体装置用の部材では、その表面に密着強度が高く良質のメッキ等の各種金属表面処理を容易に行うことができる。また例えば半導体装置用の部材として用いる場合、表面に例えばAl、Ti等の蒸着薄膜を形成後、さらにその上に半田層を形成したり、半導体ICを直接搭載する基板として利用する場合には、その表面に各種絶縁ペーストを印刷して焼き付けすることも可能である。

【0036】また本発明による複合金部材は、上記の

ように素材を部材に仕上げるために切削加工等の重度の機械加工を行う必要が無いので、このような加工による歪みが部材に内在しない。このため例えば面上に形成したメッキ層や金属化層のような被覆層を形成するため加熱する場合、また他の部材とロウ材によって加熱接合する場合には、機械加工された部材では熱による何らかの変形が生じ易いが、本発明の複合金部材ではこのような熱による変形は殆ど生じない。このため本発明の複合金部材と組み合わせた部品や装置は、従来に増して実用時のヒートサイクルに耐える信頼性の高いものを提供することができる。特に形の入り組んだ複雑な形状の部材や比較的広い面積で薄い形状の部材とか、アスペクト比(長さ/外形比率)の大きな部材でも以上述べた特徴を十分に発揮することができる。

【0037】なお本発明の第一の部材では、その第一成分の好ましい重量比率範囲は5~40重量%である。この範囲を外れると本複合金部材固有の特徴を生かすとともに、本発明の目的とする電気系・電子系の実用途に適応した実用特性が、必ずしも満たされない。またネットシェイプの焼け上がり寸法精度を得るためには、この範囲内とするのが望ましい。5重量%未満では実用上第二成分を用いる場合と変わりがなくなる。また製造工程での粉末の圧縮性が低下して成形が難しくなるとともに、焼成温度も高くなり焼成収縮も大きくなるため、寸法精度のコントロールが難しくなる。40重量%を越えると本発明の対象とする分野での利用範囲がかなり制約され、特に耐電気アーク性、熱膨張等の第二成分を複合金化の特徴が十分に生かされない。

【0038】以下各々につきその製造ステップに順じて本発明を詳細に説明する。以下特に断りの無い限り、第一・第二の複合金部材の双方ともに共通する内容である。

【0039】まず使用する出発原料は、第一成分、第二成分とも純度98%以上、その平均粒径が40μm以下とするのが好ましい。さらに好ましくは10μm以下のものを用いる。特に第二の部材に用いる第二成分の粉末については、6μm以下とするのがより好ましい。平均粒径が40μmを越えると、他の成分との混合状態での組成均一化の点で必ずしも望ましくない。特に粒子自体に剛性があり、また硬度の高い第二成分では、その平均粒径が40μmを越えると粉末成形時の圧縮性が低下し、成形密度が十分上げられないことがある。なお第一成分を溶浸剤としてのみ用いる場合には、溶浸時に装入の手間が省ける板材等の塊状のものを通常利用する。

【0040】第二成分の場合上記制約の中で、さらに平均粒径の異なる二種の粉末を併用するのがより好ましい。特に上記制約の中で粒径の大きい第一の粒子群の平均粒径をDμm、粒径の小さい第二の粒子群のそれをdμmとした場合、d/Dの比が0.2~0.4の範囲内となるような二種の粒子群を選び、これら二種の粒子群の



配合において、第二の原料の全体に対する重量比率を1~20%となるようにするのが望ましい。例えば平均粒径 $10\mu\text{m}$ の第一の原料粉末を90重量%、平均粒径 $3\mu\text{m}$ の第二の原料粉末を2重量%とすると良い。すなわちこの配合範囲内で原料調製すれば、当初の出発原料粉末の嵩が低く抑えられ、その結果同成形時の粉末の充填性が向上し、高い成形密度で同密度分布幅の小さいより均一な成形体が得られる。なおこの場合平均粒径Dの大きい粒子群と、平均粒径dの小さい粒子群の二種が共存する粉末を用意して原料粉末とするか、またはそれぞれの平均粒径の粒子群を有する別々の粉末を予め用意し、これらを上記範囲の適当な重量比率で混合して原料粉末とすることもできる。以上のような粒度調整によって焼成時に起こる成形体の収縮量並びに同成形体の不均一な収縮による変形が顕著に抑えられ、寸法精度の良好な複合合金部材が得られる。

【0041】以上の第二成分の原料粒度調整は、成形体とする粉末の調製段階で造粒を行うことによって達成できる。造粒した顆粒の粒度については、造粒時の条件設定を調整して造粒された顆粒の粒度分布を(すなわち大きな顆粒群の平均粒子サイズを $D\mu\text{m}$ とし、小さな顆粒群の平均粒子サイズを $d\mu\text{m}$ とした時の比 $d/D$ が、ほぼ0.2~0.4であり、なおかつ小さな粒子群の割合が全造粒粉末の1~20重量%となるように)調整すれば、上記同様の効果が得られる。この場合も平均粒径の異なる二種の粒子群の顆粒を用意して、それらを混合してもよいし、または造粒の条件を調整して、これら二種の粒子群の併存する顆粒を調整してもよい。

【0042】成形用の粉末には、原料粉末の混合時に必要に応じて従成分粉末を含ませることができる。本発明の第一の複合合金部材の場合、最終合金内の量で1重量%以下となるような範囲の量で、鉄族元素の金属粉末を添加することができる。同様に本発明の第二の複合合金部材の場合には、最終合金内の量で5重量%以下となるような範囲の量で、Ia、IIa、IVaの各族元素、Mn、Cu、Zn、Si、Snの群から選ばれた少なくとも一種の金属を添加するか、またはAlとの合金の形態で含ませることができる。これらの金属粉末を添加または含ませることによって、焼成時の第一成分融液と第二成分表面との濡れ性が向上する。なお第二の複合合金部材の場合、第一成分のAlと合金化した状態で溶浸する場合もあるが、焼成時のその効果は同じである。それ故これらの金属を添加することによって、焼成時の緻密化が容易に進むようになる。また第一の複合合金部材の製造において、特に第二成分主体の多孔体を形成する溶浸法で製造する場合には、これらの金属が第二成分に一部固溶して堅固な多孔体骨格を形成する助剤として働くため、複合合金部材の機械的強度、熱膨張係数等の物性を微調整する上で役に立つ。なお第一・第二の複合合金部材とも最終合金内の上記従成分金属の量が、それぞれ上

記の上限量を越えると、特に熱伝導性、電気伝導性が急激に低下する場合もあり、上記上限量以下に抑えるのが望ましい。

【0043】なお第一の複合合金部材の製造において、最終的に第一成分として例えばAgとCuの合金とする場合やこれら金属と例えばNi、Fe等の他の金属との合金とする場合には、当初から合金として配合しても良い。このような複合合金部材の例としては、例えばCuとNi、CuとFeを第一成分とし、Wを第二成分としたタングステン重合金がある。また第一・第二の複合合金部材の製造において、第二成分を最終的に二種以上の混在相として複合化する場合には、例えば必要によりWとCr、WとWC、AlNと $\text{Si}_3\text{N}_4$ 、SiCと $\text{Si}_3\text{N}_4$ のように二種を併用して配合しても良い。

【0044】成形用粉末の調製に用いる粉末調整設備については、特に制約は無い。ただし原料粉末の種類およびそれらの組み合わせに整合させて、前記【0040】節に記載の粒度の調製が可能であることが望ましい。そうであればボールミル等の湿式混合装置、コーン型ミキサー等の乾式混合装置のいずれの調製設備を用いてもよい。あるいはそれらを適宜組み合わせた連続方式または個々のバッチ方式の組み合わせであってもよい。成形方法についても特に制約は無いが、比較的単純な外周形状のものは各種の乾式粉末成形プレスを用いることができる。複雑な外周形状のものについては、後工程との兼ね合い、原料粉末の調製形態または最終製品の大きさ・形状等により静水圧成形、射出成形、押し出し成形等を適宜選んで使い分ける。この場合最も考慮しなければならないのは、成形時に最終形状の相似形にし、成形体の収縮量を抑えるようにできる限り均一かつ高密度に成形できる方法を選ぶということである。

【0045】例えば図1のa、bに記載のような単純な平板、円柱形状品を溶浸法によって得たい時には、成形用の粉末は前記のように原料または顆粒の粒度を調製したものを、乾式プレスで成形する手順を踏むこともできる。また箱型形状、各種の凹凸や穴のあるような複雑な形状の製品を作る場合には、例えば設計空孔量に相当する容積量の有機バインダーを添加した粉末をまず調製し、この粉末を射出成形または静水圧成形によって最終品の相似形状に成形し、バインダーを抜いた後その空孔内に第一成分を溶浸する手順を踏むこともできる。溶浸法でも第一成分の量が多い場合には、できる限り予め第一成分を混合する予配合溶浸法を採用し、成形性の改善とともに焼成時の収縮量を抑えるようにするのが望ましい。溶浸法・焼結法のいずれの場合においても、焼成複合化時の収縮量を減らすため、予め多孔体の空孔量を可能な限り減らす必要がある。特に製品サイズの大きいもの、複雑な形状のもの、面積が大きく薄手の形状部を有するもの、アスペクト比の大きい細長い形状部を有するものについては、このような方策が必要である。した

がって、このような形状のものでは、前述のように混合粉末を造粒し顆粒状とし、成形時型内に粉末を供給する場合、均一かつ高密度に充填できるようにするのが望ましい。これによって成形時の相対密度を高め、焼成前の多孔体の空孔量を小さくして焼成複合化時の収縮量を低値に抑えることができる。なお溶浸法では、この造粒に加え第一成分の予配合を適用することによって、焼成複合化時の収縮量をさらに低減することができる。しかしながら、焼結法では第一成分の予配合は適用できない。また造粒を行っても成形時の相対密度の上昇には限度がある。それ故複合金化時の収縮量の低減には、おのずから限界がある。このような場合でも形状によっては、焼成時の多孔体の装入方法・焼成温度プログラムを工夫することによって、変形量を小さくし所望の寸法公差内に収めることはできる。しかしながら収縮量が大きくなると、上記のような製品サイズの大きいもの、複雑な形状のもの、面積が大きく薄手の形状部を有するもの、アスペクト比の大きい細長い形状部を有するものについては、変形を抑え寸法公差内に収めることが不可能な場合もある。このような場合には、溶浸法または予配合溶浸法を適用するのが望ましい。以上述べたように、所望する複合部材の形状、合金組成等を考慮していずれの方法を採用するか、その都度決める必要がある。

【0046】本発明の複合金部材の製造では、成形後必要に応じ熱処理を行う。成形に当たって成形助剤として粉末に有機バインダーを混合した場合には、溶浸または焼結の前にこの有機バインダーを除去する必要がある。また場合によっては成形後の成形体の空孔量を微調整するために中間焼成を行う必要がある。さらに成形体中の揮発分を予め除去する必要がある場合もある。主に以上の目的のため二熱処理を行う。この熱処理は、その後の溶浸工程または焼結工程と連続して行うこともできる。その雰囲気は成形体の酸化を防ぐために、通常は非酸化性のガス流通雰囲気とするが、使用する有機バインダーの種類、成形体の成分・組成により、場合によっては減圧下もしくは真空中で行う。この工程では特に成形体内に発生するガスや液体の排出により、成形体の形状が崩れないようにそのセッティングおよび加熱条件に十分な配慮が必要である。例えば多量の有機バインダーを含む射出成形品や押し出し成形品は慎重に対処する必要がある。

【0047】以上の工程を経て成形された成形体または多孔体の全ての面上に、溶出防止剤の薄い層または同剤と溶浸促進剤からなる混合物の薄い層すなわち混在層のいずれかの層が形成される。溶出防止剤および溶浸促進剤とは、既に【0023】節で説明したような物質である。溶出防止剤の層を形成した面からは第一成分の溶出は無くなる。また溶浸促進剤は第一成分の融液と第二成分粒子表面との濡れを促す物質であるので、その物質単独の層を形成しても第一成分の溶出を遮断することは

できない。しかしながら、メカニズムは定かではないが、同剤に上記溶出防止剤を混合した層すなわち混在層を形成することによって、第一成分の外部からの溶浸は順調に行われるとともに、同層からの溶出は顕著に低減される。さらにこの場合の溶出物は面上に軽く付着はするが、小粒に分断され固着することは無い。したがって混在層を形成した面上の溶出物は簡単に取り除くことができる。

【0048】この混在層中の溶出防止剤と溶浸促進剤の混合比率は任意で良いが、溶出防止剤：溶浸促進剤の重量比で1：4～2：1（すなわち溶出防止剤の量が混在層全体の量のほぼ25～67重量%）の範囲とするのが好ましく、1：3～1：1（すなわち溶出防止剤の量が混在層全体の量のほぼ33～50重量%）の範囲とするのがさらに好ましい。この重量比が1：4未満になると、すなわち溶出防止剤の量が混合層全体の25重量%未満になると、溶出物の固着は生じないが付着量が多くなることがある。またこの重量比が2：1を越えると、すなわち溶出防止剤の量が混在層全体の67重量%を越えると、両剤の混合の均一度合いによっては溶浸体の最表面に微細な浅い空孔が生じることがある。

【0049】なお溶出防止剤、溶浸促進剤に用いる好ましい物質は、既に【0026】節と【0033】節で記載した通りであるが、上記した機能を果たす組み合わせであれば、複数の物質の混合物または化合物であっても良い。両剤とも通常粉末状のものをを用いる。これに常温揮発性の有機溶剤を加え混合物とし、この混合物を必要とする成形体の各面に塗布・乾燥することによって、それぞれの層を形成する。混在層を形成する場合、両剤の混合の均一度合いを高める点で、両剤とも可能な限り小さな平均粒径の粉末を用いるのが望ましい。塗布層の厚みは、溶出防止剤単独の層を形成する場合には、面全体にほぼ行き渡っている程度でも良いが、混在層を形成する場合には、面全体にわたって均一な厚みとするのが望ましい。各層形成を自動化する場合には、焼成時除去可能な有機質増粘剤を少量追加してペースト状にし印刷を行い、その後乾燥または焼き付けることによって形成することもできる。

【0050】溶浸法、予配合溶浸法、焼結法によらず成形後複合化する場合には、成形体の形状と溶浸時の生産性を勘案するとともに、成形体の形状によっては、特にその形状を維持するために、溶浸剤と接触させる面はある程度特定される。またその面は通常は一つの面であるが、成形体の形状によっては複数の面になる場合もある。成形体の溶浸剤との接触面上に上記の混在層を形成し、成形体の残る全ての面に溶出防止剤の層を形成する。例えば外形が図1のような平板形状品を対象とする場合には、側面の一面上に混在層を形成し、除く全ての面上に溶出防止剤の層を形成する。また外形が図2のような箱形状品を対象とする場合には、側面の一面上か

または底となる面上に混在層を形成し、残る全ての面上に溶出防止剤の層を形成する。

【0051】なお既に第一成分を最終所望量混合した焼結法の成形体を対象とする場合でも、焼成時の第一成分の溶出を抑えるため溶出防止剤層をいくつかの面に形成するが、その内の少なくとも一面に混在層を形成する。全面に溶出防止剤の層を形成すると、焼成時成形体の内部から溶融した第一成分の外部へのはけ口が無くなるため、同層を破って溶出物質が染み出して外周形状を変形させるとともに、それが外周に融着するため好ましくない。ちなみに焼結法で成形体の少なくとも一面上に混在層を形成した場合には、このような溶出物の融着現象が起こらず、混在層を形成した特定の面上に小粒の溶出物が軽度が付着する。したがって焼成後容易に除去できる。

【0052】溶出防止剤の層ならびに混在層を形成した多孔体または成形体は、通常の溶浸、焼結の手順を経て複合化される。溶浸、焼結の温度は成形体に含まれる第一成分の溶融点以上の温度とし、非酸化性の雰囲気で行う。この場合においても成形体の形状維持には細心の配慮が必要である。

【0053】焼成後の溶浸体または焼結体は、その表面に付着した溶出防止剤の層ならびに混在層の残留物、溶出物を軽度の加工によって取り除く。具体的なその方法としてはサンドブラスト、パレル等の手段が挙げられる。

#### 【0054】

##### 【実施例】

(実施例1) 純度がいずれも99%のW、Mo、Cu、Ag、Cr、WCおよびNiの各原料粉末を用意した。それらの平均粒径は、 $\mu\text{m}$ 単位で順に8、8、10、15、10、8および5であった。これら各種粉末を表1に記載のように、単独または同表記載の組成割合で秤量し、バインダーとしてパラフィンを粉末の総重量に対し2重量%添加した後、アトライター混合機中エチルアルコールを混合媒体、スチールボールを粉碎媒体として約2時間粉碎混合して、スラリーを調製した。なお試料の内No.6、7、14、15、21および22は、第一成分を予配合したものである。各スラリーを排出後混合物をスプレードライヤーにて噴霧乾燥し顆粒とした。噴霧後の顆粒の粒度分布は、小さい平均粒径dの第一の分布の粒子群と、大きな平均粒径Dの第二の分布の粒子群の二つの分布が混在した形態のものとなった。いずれの試料もdがほぼ $30\mu\text{m}$ のものが3重量%程度、Dがほぼ $200\mu\text{m}$ のものが残部(約97重量%)の割合であった。

【0055】また同粉末中に含まれるFe、Niの量を確認した。その結果Ni量は当初混合量とほぼ変わらず、粉碎時に粉碎媒体および器壁の摩擦によって混入したFeの量はいずれの粉末にもほぼ0.1重量%含まれていた。次いでこれらの粉末を粉末成形プレスにて成形

し、長さおよび幅がともに35mmで、厚みが2mmの平板状成形体を作製した。成形体内の部分による成形密度のバラツキ幅(各合金組成試料毎に50個の成形体を作り、その最大値と最小値の差)は、各成形体とも平均成形密度(各合金組成試料毎に50個の成形体を作り、その算術平均値)の上下0.2%以内に収まっていた。表1に記載の多孔体の空孔率の数値は50個の平均値であり、そのバラツキ幅も成形体の密度のバラツキと同様のレベルであった。ちなみに同一混合粉碎物を乾燥後造粒せず、そのままの状態で成形型に給粉して成形した場合には、成形体・多孔体の同数値はともに算術平均値の上下1%のバラツキであった。次にそれぞれの成形体を減圧下400℃に加熱してパラフィンを回収し、さらに空孔率の調整を要する場合には、表1に示す各温度で水素気流中で1時間中間焼成して同表記載の空孔率の多孔体を得た。なお同表の中間焼成欄に「-」マークのものは、中間焼成無しのものである。この時点で中間焼成された多孔体の外形ならびに変形による寸法の不具合は無かった。ただし上記した未造粒の粉末を成形した試料では、長さ・幅方向の寸法・厚み方向の反りのバラツキが個体内、個体間で大きくなり、試料によってはすでに最終寸法を切る寸法小品も確認された。次にこの多孔体の成形時に長さ・幅がともに35mmとした一方の面に混在層を、残りの全面に溶出防止剤の層をスプレー塗布した。なお溶出防止剤は、平均粒径 $5\mu\text{m}$ のTiN粉末を、混在層に用いる溶浸促進剤には平均粒径 $8\mu\text{m}$ のNi粉末を用いた。混在層の溶出防止剤：溶浸促進剤の配合重量比は、1：3とした。溶出防止剤層および混在層とする混合物は、それぞれエチルアルコールに分散させた状態で各面にスプレー塗布し、その後乾燥した。

【0056】なお表1の試料No.25は試料No.4と同一組成の多孔体に、混在層を形成していないものである。すなわち試料No.25は、多孔体の成形時に長さ・幅がともに35mmとした一方の面は溶出防止剤の層も混在層も形成せず、溶浸過程でこの面にCuの溶浸剤の板を接触させる従来の手順で焼成した。以上のように各試料面上の各層はほぼ多孔体の表面が見えない程度に形成した。

【0057】このように層を形成した多孔体を水素気流中で2時間焼成し、第二成分を溶浸して複合金化した。焼成温度は、溶浸する第一成分がCuの場合は1250℃、同成分がAgの場合は1150℃とした。この場合AgまたはCuの溶浸剤の板を成形体の混在層形成面に接触させるようにした。焼成後の複合金(溶浸体)には混在層形成面のみに、僅かに溶融凝固状の各第二成分が付着していた。その後全ての複合金試料をサンドブラスト仕上げし、表面に付着した溶出防止剤の層および混合層の残留付着物をほぼ取り除いた。なお表面をX線マイクロアナライザーにより分析したところ、それら試料の最表面には溶出防止剤の成分が散在していることが確認された。なお試料No.25には上記溶浸剤の板との

接触面にCuの溶出があり、この試料については同面を切削加工することによって仕上げ寸法出しを行った。

【0058】仕上げ後の各試料面には残留物の付着・欠け・変形・ピンホール等の外観上の不具合は無かった。以上調製した試料の合金組成を表1に示す。さらに仕上がった各合金の一方の面に厚み2 $\mu$ mのNiメッキを行い、700℃で焼成した。なお最表面に僅かに溶出防止剤の残留はあったが、メッキの密着性には何ら問題はなかった。複合金部材の寸法の数値である要求公差幅に対する仕上がり状況、Niメッキ前後(すなわち700℃での焼成前後)の反りおよび主な物性値を表2に示した。「外周寸法のバラツキ幅」欄の数値は長さ・幅方向の30個の寸法の内、最大値と最小値の差(バラツキ幅)である。また「反り」欄の数値は30個の反りの最大値である。これらの数値の数値である要求公差の幅

は、前者が0.1mm以内(すなわち要求公差 $\pm 0.05$ )、後者が0.05mm以内である。なお反りについては、定盤上に試料の広い四角の面を上にして置き、同面の対角線方向二方向における定盤面からの最大高さと最小高さの差を記録し、その差の大きい方の値をその試料の反り量(mm)とした。なお表2に記載のように、本発明品各試料とも外周ならびに反りで上記の寸法精度の目標数値を越えるものは無かったが、従来の焼成方法によるNo. 25の試料については、特にNiメッキ(加熱)後の反りの最大値が目標値の0.05mmを越えている。No. 25の試料30個の中でこの目標値内のものは22個(歩留まり73%)であった。

【0059】

【表1】

No.	混合組成 (重量%)							中間焼成温度 (℃)	多孔体の 空隙率 (%)	合金組成 (重量%)		
	Ni	Mo	Cr	WC	Cu	Ag	Ni			第一成分	従成分	
											Ni	Fe
1	100	-	-	-	-	-	-	1280	8.3	Cu 4	-	0.1
2	100	-	-	-	-	-	-	1270	10.2	6	-	"
3	100	-	-	-	-	-	-	1260	19.4	10	-	0.09
4	100	-	-	-	-	-	-	-	35.2	20	-	0.08
5	100	-	-	-	-	-	-	-	48.0	30	-	0.08
6	86	-	-	-	14	-	-	-	44.7	40	-	0.07
7	81	-	-	-	19	-	-	-	42.8	43	-	"
8	99.5	-	-	-	-	-	0.5	1230	19.3	10	0.5	0.09
9	99.3	-	-	-	-	-	0.7	1230	19.2	10	0.6	"
10	98.8	-	-	-	-	-	1.2	1230	19.2	10	1.1	"
11	100	-	-	-	-	-	-	1290	7.1	Ag 4	-	0.1
12	100	-	-	-	-	-	-	1280	8.8	5	-	"
13	100	-	-	-	-	-	-	1260	31.6	20	-	0.08
14	86	-	-	-	-	14	-	-	41.6	40	-	0.07
15	81	-	-	-	-	19	-	-	40.0	43	-	"
16	99.5	-	-	-	-	-	0.5	1180	31.4	20	0.4	0.08
17	99.3	-	-	-	-	-	0.7	1170	31.3	20	0.6	"
18	98.5	-	-	-	-	-	1.5	1130	31.2	20	1.2	"
19	-	100	-	-	-	-	-	1300	11.3	Cu 10	-	0.09
20	-	99.5	-	-	-	-	0.5	1300	22.3	20	0.4	0.08
21	-	-	-	95.5	-	4	0.5	1350	22.4	Ag 20	0.4	"
22	-	-	-	89.5	-	10	0.5	1350	28.7	30	0.4	0.07
23	-	-	99.5	-	-	-	0.5	1400	16.8	Co 20	0.4	0.08
24	-	-	99.5	-	-	-	0.5	1400	25.7	30	0.4	0.07
25	100	-	-	-	-	-	-	-	35.2	20	-	0.08

\*印は本発明の比較例。

注)合金組成欄の第二成分の量は上記の残留量部である。例えば試料 No. 1では、Feは95.9重量%である。

【0060】

【表2】

No.	外周寸法 のバラツ キ幅 (mm)	反り (mm)		密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱膨張 係数 (ppm/℃)	熱伝 導率 (W/mK)	電気 伝導度 (%IACS)
		Niメッキ前	Niメッキ後				
1	0.02	0.02	0.02	18.4	4.5	185	30
2	0.02	0.02	0.02	18.2	4.8	190	32
3	0.01	0.01	0.01	17.3	6.5	210	38
4	0.01	0.01	0.01	15.6	8.2	240	46
5	0.01	0.01	0.01	14.3	10.0	270	56
6	0.01	0.01	0.01	13.2	11.8	305	66
7	0.01	0.01	0.01	12.9	12.0	320	70
8	0.02	0.02	0.02	17.2	6.7	205	36
9	0.02	0.02	0.02	17.2	6.7	200	35
10	0.02	0.02	0.02	17.1	6.7	185	30
11	0.03	0.02	0.02	18.7	5.6	186	31
12	0.03	0.02	0.02	18.5	5.8	192	33
13	0.01	0.01	0.01	16.5	9.0	235	46
14	0.01	0.01	0.01	14.5	13.0	315	67
15	0.01	0.01	0.01	14.2	13.3	320	72
16	0.01	0.01	0.01	16.5	9.2	230	45
17	0.01	0.01	0.01	16.4	9.1	220	44
18	0.01	0.01	0.01	16.4	9.0	198	40
19	0.02	0.02	0.02	10.1	6.5	175	39
20	0.01	0.01	0.01	9.9	7.8	200	47
21	0.01	0.01	0.01	14.3	4.8	140	18
22	0.01	0.01	0.01	13.6	7.8	172	26
23	0.01	0.01	0.01	7.5	7.3	130	26
24	0.01	0.01	0.01	7.6	8.4	165	45
*25	0.01	0.01	0.06	15.6	8.2	240	46

\*印は本発明の比較例

【0061】以上の結果より、本発明の複合合金部材は、第一成分を溶浸した後切削加工のような重度の仕上げ加工をしなくても、実用上支障のないレベルの仕上げ寸法精度のものであることが分かる。また従来のように溶出面を選び、第一成分を同面に溶出させたものでは、同面の切削加工後のメッキ工程での加熱による部材の反りが大きくなり、歩留まりが顕著に低下することが分かる。

【0062】(実施例2) 実施例1と同一の原料を用い、各種粉末を表3の組成割合で準備し、2重量%のパラフィンバインダーとして添加し、スチールボールを粉碎媒体、アルコールを混合媒体として、ボールミルによって混合粉碎し、そのスラリーを噴霧乾燥して顆粒を得た。噴霧乾燥後の顆粒の粒度分布は、小さい粒子群の第一の分布と、大きい粒子群の第二の分布が混在した形態のものとなり、いずれの試料も小さい粒子群の平均粒

径dがほぼ100 $\mu$ mで全体の約20重量%、大きい粒子群の平均粒径Dがほぼ270 $\mu$ mで全体の約80重量%であった。また同粉末中に含まれるFe、Niの量を確認したところ、Niの量はほぼ当初の添加量と変わらず、Feの混入量はいずれの粉末にも0.1重量%含まれていた。次いでこれらの粉末を実施例1と同様の手順にて同様の寸法に成形した。実施例1と同様に50個の成形体内の成形密度および焼成前の多孔体の空孔率のバラツキを確認したところ、成形密度・空孔率ともその50個の算術平均値の上下0.2%以内に収まっていた。なお表3の多孔体の空孔率の数値は50個の算術平均値である。ちなみに実施例1と同様に同一混合粉碎物を乾燥後そのままの状態で給粉してプレス成形した場合、同数値は50個の算術平均値の上下1%のバラツキであった。

【0063】これら成形体を実施例1同様の減圧加熱を

し、バインダーのパラフィンを回収した。その後実施例 1 と同じ手順で試料の各面に溶出防止剤の層と混在層を形成した。複合金化のための焼成は、水素気流中、表 3 に記載の温度下 2 時間の条件で行った。焼成後の複合金には混在層形成面のみに、僅かに熔融状態の各第二成分が付着していた。なお表中の No. 25 のものは実施例 1 の No. 25 同様混在層形成面の無い従来法の試料である。その後 No. 25 の試料は溶出面のみ切削加工により仕上げ、その他全ての本発明複合金試料については、サンドブラスト仕上げし、表面に付着した溶出防止剤の層および混合層の残留付着物を取り除いた。

【0064】仕上げ後の各試料面には残留物の付着・欠け・変形・ピンホール等の外観上の不具合は無かった。以上調製した試料の合金組成を表 3 に示す。さらに仕上がった各合金の一方の面に厚み 2  $\mu$ m の Ni メッキを行い、700℃で焼成した。また実施例 1 と同様にして複

合金部材の外形寸法の要求公差に対する仕上がり状況、反り量および主な物性値を確認し、その結果を表 4 に記載した。これらの数値は実施例 1 同様各試料とも 30 個の確認データである。なお表 4 に記載のように、本発明品各試料とも外周ならびに反りで上記の寸法精度目標値をオーバーするものは無かったが、従来の焼成方法による No. 25 の試料については、特に Ni メッキ(加熱)後の反りの最大値が目標値の 0.05mm を越えている。No. 25 の試料 30 個の中でこの目標値内のものは 16 個(歩留まり 53%)であった。また上記した未造粒の粉末を成形した試料では、長さ・幅方向の寸法・厚み方向の反りのバラツキが個体内、個体間で大きくなり、試料によっては部分的に最終寸法を切る寸法小品も確認された。

【0065】

【表 3】

No.	混合組成 (重量%)							成形体の 空隙率 (%)	焼成 温度 (℃)	合金組成 (重量%)		
	W	Mo	Cr	VC	Cu	Ag	Ni			第一 成分	従成分	
											Ni	Fe
1	96	-	-	-	4	-	-	35	1450	Cu 4	-	0.1
2	95	-	-	-	5	-	-	34	1450	5	-	"
3	90	-	-	-	10	-	-	33	1450	10	-	"
4	80	-	-	-	20	-	-	31	1440	20	-	"
5	70	-	-	-	30	-	-	30	1430	30	-	"
6	60	-	-	-	40	-	-	27	1430	40	-	"
7	57	-	-	-	43	-	-	26	1430	43	-	"
8	89.5	-	-	-	10	-	0.5	33	1450	10	0.5	"
9	89.3	-	-	-	10	-	0.7	33	1450	10	0.7	"
10	88.5	-	-	-	10	-	1.2	33	1450	10	1.2	"
11	96	-	-	-	-	4	-	34	1450	Ag 4	-	"
12	95	-	-	-	-	5	-	32	1450	5	-	"
13	80	-	-	-	-	20	-	30	1440	20	-	"
14	60	-	-	-	-	40	-	27	1420	40	-	"
15	57	-	-	-	-	43	-	24	1420	43	-	"
16	79.5	-	-	-	-	20	0.5	30	1440	20	0.5	"
17	79	-	-	-	-	20	0.7	29	1440	20	0.7	"
18	78.5	-	-	-	-	20	1.2	29	1430	20	1.2	"
19	-	90	-	-	10	-	-	32	1320	Cu10	-	"
20	-	80	-	-	20	-	-	30	1320	20	-	"
21	-	-	-	79.5	-	20	0.5	35	1320	Ag20	0.5	"
22	-	-	-	69.5	-	30	0.5	32	1320	30	0.5	"
23	-	-	79.5	-	20	-	0.5	38	1400	Cu20	0.5	"
24	-	-	69.5	-	30	-	0.5	26	1400	30	0.5	"
*25	80	-	-	-	20	-	-	31	1440	20	-	"

\*印は本発明の比較例

注) 合金組成欄の第二成分の量は上記の残留量部である。例えば試料 No. 1 では、W 量は 95.9 重量%である。



【0066】

【表4】

No.	外周寸法 のパラツ キ幅 (mm)	反り (mm)		密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱膨張 係数 (ppm/°C)	熱伝 導率 (W/mK)	電気 伝導度 (%IACS)
		Niメッキ前	Niメッキ後				
1	0.03	0.03	0.03	18.3	4.7	175	30
2	0.03	0.03	0.03	18.1	5.0	180	31
3	0.03	0.03	0.03	17.2	6.8	190	33
4	0.03	0.03	0.03	15.6	8.3	220	40
5	0.02	0.02	0.02	14.2	10.2	244	50
6	0.02	0.02	0.02	13.2	11.8	270	60
7	0.02	0.02	0.02	12.8	12.0	278	64
8	0.03	0.03	0.03	17.2	6.9	190	32
9	0.03	0.03	0.03	17.0	6.9	188	31
10	0.03	0.03	0.03	17.1	6.9	180	27
11	0.03	0.03	0.03	18.6	5.8	178	28
12	0.03	0.03	0.03	18.4	6.0	187	30
13	0.02	0.02	0.02	16.4	9.1	225	40
14	0.02	0.02	0.02	14.4	13.0	300	60
15	0.02	0.02	0.02	14.2	13.4	310	65
16	0.02	0.02	0.02	16.4	9.3	225	40
17	0.02	0.02	0.02	16.4	9.1	205	39
18	0.02	0.02	0.02	16.3	9.0	193	35
19	0.03	0.03	0.03	10.1	6.7	162	33
20	0.02	0.02	0.02	9.9	7.9	180	41
21	0.02	0.02	0.02	14.3	5.0	126	17
22	0.02	0.02	0.02	13.6	8.0	160	23
23	0.02	0.02	0.02	7.5	7.5	120	23
24	0.02	0.02	0.02	7.5	8.5	155	40
*25	0.03	0.03	0.08	15.6	8.3	244	40

\*印は本発明の比較例

【0067】以上の結果より焼結法によって得られた本実施例のものは、溶浸法によって得られた実施例1のものに比べ、焼け上がりの状態の仕上げ寸法で若干パラツキが大きくなるものの、焼結法においても本発明の複合金部材は、焼成後切削加工のような重度の仕上げ加工をしなくても、実用上支障のないレベルの仕上げ寸法精度のものであることが分かる。また従来のように溶出面を選び、第一成分を同面に溶出させたものでは、同面の切削加工後のメッキ工程での加熱による部材の反りが大きくなり、歩留まりが顕著に低下することが分かる。

【0068】(実施例3) 実施例1のNo.3の組成の混合粉碎粉末を用い、実施例1と同様な手順で顆粒を調製し、図3に記載の外形で外寸の長さおよび幅がともに30mm、内寸の長さおよび幅がともに22mmであり、厚みが4mmの形状の成形体を粉末プレスにより成形し

た。成形体の50個について相対密度の高いコーナー部分と同密度の低い成形体内部との成形密度の差(すなわち実施例1の成形体の密度のパラツキに同じ)は、成形体の同算術平均密度値の上下0.2%以内に収まっていた。その後実施例1と同様の手順でバインダーを除去した後、1250°Cで水素気流中で中間焼成を行った。得られた多孔体の空孔率は約19%であった。溶出防止剤として平均粒径2μmのBN粉末、溶浸促進剤として平均粒径8μmのCu粉末を用意し、長さ・幅がともに30mmである成形体の一方の面に混在層を、残りの面には溶出防止剤のBNの層を刷毛で塗布形成した。BNとCuとの混在層については、両成分の重量比をBN:Cuの比で①1:5、②1:4、③1:3、④1:1、⑤3:2、⑥2:1、⑦5:2の七段階に調製したものとし、各段階組成の混在層を形成した成形体を各30個ず

つ作製した。次いで混在層形成面を下にし、図4のように成形体7を溶浸剤のCu板8の上に載せた状態で配置し、水素気流中1200℃で1時間溶浸を行って複合金化した。

【0069】その後溶浸体にサンドブラストをかけて表面の付着物をほぼ除去した。この場合試料②～⑥のものについては簡単に除去できた。特に③および④のものは、布で擦る程度の摩擦で極めて簡単に除去された。試料①のものも比較的簡単に除去はできたが、以上のものに比べ混在層形成面上のCuの溶出粒が大きく、また試料⑦のものも簡単に除去できたが、30個中1個のものの混在層形成面上に顕微鏡で確認できる程度の微小な(数μmサイズ)浅いピンホールが数点確認された。またこれらの仕上げ最表面にはX線マイクロアナライザーによる分析で溶出防止剤成分の散在が確認された。以上の試料をNiメッキ焼成したところ、メッキの不具合はなかった。全ての合金について、外観および破断面を確認したところ、欠け・空孔等の異常はなかった。また合金中のCu量は予定通りほぼ10重量%であった。内外径・厚みの寸法および反りとも実施例1の表2に記載程度の公差内に収まっていた。以上本実施例で確認した効果は、実施例2のNo.3の焼結法による試料でも同様に確認された。

【0070】(実施例4) 実施例3と同様の合金組成・調製手順にて、図5の外形でつば部の薄い段付き形状の複合金部材(上段の長さ・幅がともに20mm、下段の長さ・幅がともに40mmであり、上段部・下段部を含めた最大厚み5mm、つば部厚み2mm)を50個ずつ作製した。この場合混在層の組成は、上記実施例3の④の組成比とし、溶出防止剤層はBNにて形成した。溶浸時の多孔体の混在層形成面は、成形時の長さ・幅ともに20mmとした上段面とし、溶浸剤のCu板をその上に配置する方式とした。また別途比較のため、同じ試料の上段面に混在層を形成せず溶浸剤を同面上に配置し、それ以外の面にはBNの溶出防止剤層を形成したもの(以下比較例試料aと言う)と、溶出防止剤層ならびに混在層を全く形成せず、同じく上段面に溶浸剤のCu板を配置したもの(以下比較例試料bと言う)も、同一炉内にセットし上記と同数各50個ずつ準備し、同時に溶浸を行った。溶浸複合金後比較例試料aは、先ず溶浸剤を配置しCuが溶出した上段面のみ切削加工し、溶出部を除去した。比較例試料bについては、全面にCuが溶出しているため全面にわたって切削加工を行った。それ以外の本発明試料については、サンドブラストによって各面の仕上げを行った。いずれの試料についても仕上げ後の外観に欠陥等の異常は無く、各部の寸法についても全て実施例1の表1に記載程度の公差内に収まっていた。次いで上段の成形時に長さ・幅ともに20mmとした面上に厚み約2μmのNiメッキ層を形成(メッキ後加熱焼成)したところ、いずれの試料もメッキ面にはメッキ

層の膨れ・変色・むら等の異常は無く、また密着強度についても問題はなかった。次につば部を含めた反りの大きさを確認した。その結果全面切削加工した上記試料aおよび上段部のみ切削加工した上記試料bは、いずれもつば部に0.08mm程度の反りが見られたが、本発明品の反りは0.03mm程度に収まっていた。

【0071】次いで全面切削加工品と本発明品とを図6にその断面構造を示したマイクロプロセッサ用のパッケージに基板1として組み込んだものをそれぞれ30セット用意し、-65℃×10分と150℃×10分の昇降温を繰り返すヒートサイクルを200回行ったところ、全面切削加工をした上記試料aでは、150回目アルミナ枠2との間のアルミナ側に微小な部分亀裂のあるものが3個確認された。また一面切削加工した上記試料bでは、200回目終了後アルミナ枠2との間のアルミナ側に微小な部分亀裂のあるものが2個確認された。しかしながら本発明品のものには、そのような異常は全くなかった。

【0072】(実施例5) 実施例1のNo.5、No.22の合金組成で実施例1と同様の条件で焼成し、コーナーにラウンドを付けた図7の外形で、焼け上がりでネットシェイプの外側の長さおよび幅がともに30mmであって、内側の長さおよび幅がともに15mmであり、高さ30mmの時計枠放電加工用電極材をそれぞれ30個ずつ作製した。仕上げ最表面には僅かに溶出防止剤成分がX線マイクロアナライザーで確認された。比較のため、同時に溶浸し全面切削加工した従来の溶浸法で作製した同一材質・同一サイズの電極材も、同数用意した。本発明のいずれの電極材ともにバレル仕上げ後の状態で側面と上下面の繋ぎ部の周辺にW粒子の僅かな欠落が見られたものの、その他の仕上げ面はW粒子が最表面に露出し、同粒子の欠損や空孔等の欠陥もなく健全であった。また各寸法は目標公差±0.05mmの範囲内に収まっており、30個全体の各寸法のバラツキの幅も±0.05mmの範囲内に収まっていた。

【0073】これらの電極材と、従来の溶浸法で作製し切削加工仕上げした同一形状の上記電極材とともに、WC-CO系およびTaN系硬質サーメット材時計枠の内段部分の仕上げ加工を行ったところ、本発明電極材で加工された時計枠の内段部の寸法および仕上げ面の状態は、比較した従来の電極材で加工されたそれと何ら遜色の無いレベルであった。また一定加工数当たりの消耗量についても双方に差異はなかった。また、これらと同材質のスポット溶接用の電極によりSnメッキされたCu台金にAgを主成分とする接点をAgロウによってスポット溶接を行ったところ、従来材と変わりない性能・寿命が確認された。

【0074】(実施例6) 実施例2のNo.5、No.22、No.24の合金組成で実施例1と同様に焼成し、そのままネットシェイプの図8の外形で、直径20mm、総厚み

4mm、つば部厚み3mmの形状の真空遮断器のコンタクター電極部材を各30個作製した。次いで表面に付着した溶出物および残留物をバレル研磨によって取り除いた。別途比較のため、同じ合金組成の成形体を用い、溶出防止剤の層および混在層を形成しないものも同時に炉内にセットして、上記本発明品と同一条件下で焼成し、上記形状に全面切削加工を行ったものも同数用意した。

【0075】本発明のいずれの電極部材ともにバレル仕上げ後の状態で側面と上下面の繋ぎ部の周辺に第二成分粒子の僅かな欠落が見られたものの、その他の仕上げ面は第二成分粒子が最表面に露呈し、同粒子の欠損や空孔等の欠陥もなく健全であった。また各寸法は公差 $\pm 0.05$ mmの範囲内に収まっており、30個全体の各寸法のバラツキの幅も $\pm 0.05$ mmの範囲内に収まっていた。

【0076】これらの電極部材を従来の焼結法で作製し、全面切削加工した上記電極部材とともに、コンタクター対向電極として一対ずつ真空遮断器に組み込んで、双方のコンタクター特性について比較した。用意した各電極部材をCu製の台金にAuロウを用いてロウ付けし電極対を作製後、真空チューブ内に封入した。裁断時の電圧、電流等各種の遮断器性能を確認したところ、本発明電極部材は従来のものと何ら遜色の無いレベルであった。

【0077】(実施例7) いずれも純度99%の純Al、5重量%Si含有Al合金、3重量%Mg含有Al合金、5重量%Li含有Al合金、Si、Sn、Ti、ZnおよびMnの各金属粉末と、いずれも純度98%のSiC、AlN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>およびBNの各セラミックス粉末を用意した。それらの平均粒径は、純Al他の金属粉末が8 $\mu$ m、SiC他のセラミックス粉末が4 $\mu$ mであった。これら各種粉末を表5に記載のように単独または同表記載の組成割合で秤量し、バインダーとしてパラフィンを粉末の総重量に対し2重量%添加した後、内壁がアルミナ製のボールミル混合容器中エチルアルコールを混合媒体、アルミナボールを粉碎媒体として約5時間粉碎混合して、スラリーを調製した。なお試料の内No.1~3、No.15、No.17は、第一成分の純Alを、No.12~14、No.16、No.19、No.21、No.23~24は、第一成分の上記Al合金をそれぞれ予配合したものである。各スラリーを排出後混合物をスプレードライヤーにて噴霧乾燥し顆粒とした。噴霧後の顆粒の粒度分布は、小さい平均粒径dの分布をなす粒子群と、大きな平均粒径Dの分布をなす粒子群の二つの分布が混在した形態のものとなった。いずれの試料もdがほぼ35 $\mu$ mのものが5重量%程度、Dがほぼ210 $\mu$ mのものが残部(約95重量%)の割合であった。

【0078】また同粉末中に含まれるSi、Sn、Ti、Zn、Mn、Mg、Liおよびアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の量を確認した。その結果Si、Sn、Ti、Zn、M

n、Mg、Liの量は当初混合量(ただしAlの合金として添加したMg等の成分は、その個別金属としての分析値)とほぼ変わらず、粉碎時に粉碎媒体および器壁の摩耗によって混入したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の量はいずれの粉末にもほぼ0.2重量%含まれていた。次いでこの粉末を粉末成形プレスにて成形し、外寸で長さおよび幅がともに35mmであり、厚みが2mmの平板状成形体を作製した。各組成の成形体50個について、成形体内の部分による成形密度の差(すなわち実施例1で確認した成形体密度のバラツキ幅に同じ)を確認したところ、いずれの試料とも算術平均した平均成形密度の上下0.2%以内に収まっていた。ちなみに同一混合粉碎物を乾燥後造粒せずに成形型に給粉して成形した場合には、同数値は同算術平均値の上下1%のバラツキであった。次にそれぞれの成形体を減圧下400℃に加熱してパラフィンを回収し、さらに空孔率の調整を要する場合には、表5に示す各温度下窒素気流中で1時間中間焼成して同表記載の空孔率の多孔体を得た。なお同表の中間焼成欄に「-」マークのものは、中間焼成無しのものである。次に成形時長さ・幅ともに35mmとした多孔体の一方の面に混在層を、残りの全面に溶出防止剤の層をスプレー塗布した。なお溶出防止剤は、平均粒径5 $\mu$ mのTiC粉末を、混在層に用いる溶浸促進剤には平均粒径10 $\mu$ mのAl粉末を用いた。混在層の溶出防止剤：溶浸促進剤の配合重量比は、1:3とした。溶出防止剤層および混在層とする混合物は、それぞれエチルアルコールに分散させた状態で各面にスプレー塗布し、その後乾燥した。

【0079】なお表5の試料No.25は試料No.4と同一組成の多孔体に、混在層を形成していないものである。すなわち試料No.25は、成形時に長さ・幅ともに35mmとした多孔体の一方の面は溶出防止剤の層も混在層も形成せず、以下の溶浸過程でこの面に純Alの溶浸剤の板を接触させる従来の手順で焼成した。以上のように各試料面上の各層はほぼ多孔体の表面が見えない程度に形成した。

【0080】このように層を形成した多孔体を窒素気流中で2時間焼成し、第二成分を溶浸して複合金化した。焼成温度は、800℃とした。この場合Alの溶浸剤の板を成形体の混在層形成面に接触させるようにした。焼成後の複合金(溶浸体)には混在層形成面のみ、僅かに溶融凝固状のAlが付着していた。その後全ての複合金試料をサンドブラスト仕上げし、表面に付着した溶出防止剤の層および混合層の残留付着物をほぼ取り除いた。これら仕上げ試料の最表面をX線マイクロアナライザーで分析したところ、溶出防止剤の僅かな散在が確認された。なお試料No.25には上記溶浸剤ベレット接触面にAlの溶出があり、この試料については同面を切削加工することによって仕上げ寸法出しを行った。

【0081】仕上げ後の各試料面には残留物の付着・欠け・変形・ピンホール等の外観上の不具合は無かった。

以上調製した試料の合金組成を表5に示す。さらに仕上がった各合金の一方の面に厚み2 $\mu$ mのNiメッキを行い、600℃で焼成した。メッキの密着強度・外観には問題は無かった。合金の外形寸法の要求公差に対する仕上がり状況、Niメッキ前後の反りおよび主な物性値を表6に示した。これらの数値の内「外周寸法のバラツキ幅」欄の数値は長さ・幅方向の30個の寸法の最大値と最小値の差(バラツキ幅)である。また「反り」欄の数値は30個の反りの最大値である。これらの数値の目標値は前者が0.1mm以内、後者が0.05mm以内である。なお反りについては、定盤上に試料の広い四角の面を上にして置き、同面の対角線方向二方向における定盤面からの最大高さとし最小高さの差を記録し、その差の大

きい方の値をその試料の反り量(mm)とした。なお表6に記載のように、本発明品各試料とも外周ならびに反りで上記の寸法精度目標値をオーバーするものは無かったが、従来の焼成方法によるNo. 25の試料については、特にNiメッキ(加熱)後の反りの最大値が目標値の0.05mmを越えている。No. 25の試料30個の中でこの目標値内のは23個(歩留まり76%)であった。また上記した未造粒の粉末を成形した試料では、長さ・幅方向の寸法・厚み方向の反りのバラツキが個体内、個体間で大きくなり、試料によっては部分的に最終寸法を切る寸法小品も確認された。

【0082】

【表5】

No.	混合組成(数値は重量%)			中間焼成温度 (℃)	多孔体の 空隙率 (%)	合金組成 (重量%)		
	第一成分	第二成分	第三成分			第一成分	第二成分	第三成分
1	SiC 97	Al 3	-	800	1.2	Al 4	-	0.20
2	"	Al 3	-	790	2.4	5	-	0.20
3	"	Al 3	-	700	20.0	20	-	0.16
4	"	-	-	-	44.1	40	-	0.12
5	"	-	-	-	49.2	45	-	0.11
6	"	-	-	-	52.3	48	-	0.10
7	"	-	Ti 3	-	44.4	40	Ti 1.8	0.12
8	"	-	Zn 3	-	44.6	40	Zn 1.8	0.12
9	"	-	Mn 3	-	44.6	40	Mn 1.8	0.12
10	SiC 95	-	Mn 7	-	44.9	40	Mn 3.0	0.12
11	SiC 93	-	Mn 9	-	45.5	40	Mn 5.4	0.12
12	SiC 90	Al-3Mg10	-	-	37.0	40	Mg 0.2	0.13
13	"	Al-5Si10	-	-	37.1	40	Si 0.3	0.13
14	"	Al-5Li10	-	-	36.8	40	Li 0.2	0.13
15	SiC 87	Al 10	Si 3	-	36.8	40	Si 2.0	0.13
16	AlN 88	Al-3Mg12	-	740	10.9	20	Mg 0.3	0.18
17	AlN 87	Al 10	Si 3	-	36.9	40	Si 2.0	0.13
18	AlN 97	-	Mn 3	-	50.1	45	Mn 1.7	0.11
19	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 90	Al-3Mg10	-	720	13.6	20	Mg 0.3	0.18
20	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 97	-	Si 3	-	45.3	40	Si 1.8	0.12
21	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 88	Al-5Mg12	-	740	11.6	20	Mg 0.5	0.18
22	BN 97	-	Ti 3	-	56.4	40	Ti 1.8	0.12
23	BN 90	Al-5Si10	-	720	30.1	40	Si 0.3	0.13
24	BN 90	Al-5Li10	-	-	35.1	45	Li 0.3	0.12
*25	SiC 97	-	Si 3	-	44.1	40	-	0.12

\*印は本発明の比較例。

注)合金組成欄の第二成分の量は上記の重量割合である。例えば試料 No. 1では、SiC量は95.8重量%である。

【0083】

【表6】

No.	外形寸法の バラツキ幅(mm)	反り (mm)		密度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱膨張 係数 (ppm/℃)	熱伝 導率 (W/mK)
		Niメッキ前	Niメッキ後			
1	0.02	0.02	0.02	3.18	5.6	268
2	0.02	0.02	0.02	3.17	5.2	266
3	0.02	0.02	0.02	3.09	6.5	264
4	0.01	0.01	0.01	2.98	8.5	260
5	0.01	0.01	0.01	2.95	10.5	200
6	0.01	0.01	0.01	2.94	10.8	196
7	0.01	0.02	0.02	2.99	8.4	256
8	0.01	0.02	0.02	3.00	8.4	253
9	0.01	0.02	0.02	3.01	8.3	254
10	0.01	0.01	0.01	3.03	8.2	250
11	0.01	0.01	0.01	3.06	8.0	240
12	0.02	0.02	0.02	2.97	8.5	260
13	0.02	0.02	0.02	2.98	8.5	261
14	0.02	0.02	0.02	2.96	8.4	261
15	0.02	0.02	0.02	2.98	8.2	258
16	0.02	0.02	0.02	3.12	6.5	205
17	0.02	0.02	0.02	2.98	9.8	218
18	0.01	0.01	0.01	3.01	10.8	221
19	0.02	0.02	0.02	3.22	5.0	60
20	0.01	0.01	0.01	3.06	8.1	102
21	0.02	0.02	0.02	3.21	4.9	58
22	0.01	0.01	0.01	3.81	10.0	282
23	0.02	0.02	0.02	2.41	10.2	293
24	0.01	0.02	0.02	2.42	11.2	279
25	0.01	0.01	0.07	2.98	8.5	260

○印は本発明の比較例

【0084】以上の結果より本発明の複合金部材は、第一成分を溶浸した後切削加工のような重度の仕上げ加工をしなくても、実用上支障のないレベルの仕上げ寸法精度のものであることが分かる。また従来のように溶出面を選び、第一成分を同面に溶出させたものでは、同面の切削加工後のメッキ工程での加熱による部材の反りが大きくなり、歩留まりが顕著に低下することが分かる。

【0085】（実施例8） 実施例7と同一の原料を用い、各種粉末を表7の組成割合で実施例7と同様の手順で混合粉砕し、噴霧乾燥を行って顆粒を得た。噴霧乾燥後の顆粒の粒度分布は、小さい粒子群の平均粒径 $d=110\mu m$ のものが全体のほぼ7重量%、残部が大きい平均粒径 $D=260\mu m$ のものであった。また同粉末中に含まれるSi、Sn、Ti、Zn、Mn、Mg、Liおよびアルミナ( $Al_2O_3$ )の量を確認したところ、Si、Sn、Ti、Zn、Mn、Mg、Liの量はほぼ当初の添加量と変わらず、アルミナ( $Al_2O_3$ )の混入量はいずれの粉末にも0.2重量%含まれていた。次いでこの粉末を実施例1と同様の手順にて同様の寸法に成形し

た。50個の成形体について成形体内の部分による成形密度の差(すなわち実施例1で確認した成形体密度のバラツキ幅に同じ)は、各試料ともその算術平均成形密度の上下0.2%以内に収まっていた。ちなみに同一混合粉砕物を乾燥後そのままの状態では給粉してプレス成形した場合、同数値は同算術平均値の上下1%の範囲のバラツキであった。

【0086】これらの成形体を実施例7と同様に減圧加熱をし、バインダーのパラフィン回収した。なおパラフィン回収後の成形体の空孔率を表7に示した。その後実施例7と同じ手順で試料の各面に溶出防止剤の層と混在層を形成した。複合金化のための焼成は、水素気流中、表7に記載の温度下2時間の条件で行った。なお表中のNo.27のものは実施例7のNo.25同様混在層形成面の無い従来の焼成方法で得られた試料である。焼成後の複合金には混在層形成面のみに、僅かに熔融状の各第二成分が付着していた。その後全ての複合金試料をサンドブラスト仕上げし、表面に付着した溶出防止剤の層および混合層の残留付着物をほぼ取り除いた。これら仕上

げ試料の最表面にはX線マイクロアナライザーにより、溶出防止剤成分の僅かな散在が確認された。

【0087】仕上げ後の各試料面には残留物の付着・欠け・変形・ピンホール等の外観上の不具合は無かった。なお試料No. 27には上記の混在層を形成していない面にAlの溶出があり、この試料については同面を切削加工することによって仕上げ、寸法出しを行った。以上調製した試料の合金組成を表7に示す。さらに仕上がった各合金の一方の面に厚み $2\mu\text{m}$ のNiメッキを行い、600℃で焼成した。また実施例7同様合金の外形寸法の要求公差に対する仕上がり状況、反り量および主な物性値を確認し、その結果を表8に記載したが、これらの数値は全て30個の平均値またはその最大バラツキ幅で示し

た。なお表8に記載のように、本発明品各試料とも外周ならびに反りで上記の寸法精度目標値をオーバーするものは無かったが、従来の焼成方法によるNo. 27の試料については、特にNiメッキ(加熱)後の反りの最大値が目標値の0.05mmを越えている。No. 27の試料30個の中でこの目標値内のもは17個(歩留まり56%)であった。また上記した未造粒の粉末を成形した試料では、長さ・幅方向の寸法・厚み方向の反りのバラツキが個体内、個体間で大きくなり、試料によっては部分的に最終寸法を切る寸法小品も確認された。

【0088】

【表7】



No.	混合組成(重量%)			成形体の 空隙率 (%)	焼成 温度 (℃)	合金組成 (重量%)		
	第 二 成 分	第 一 成 分	従成分			第 一 成 分	従成分	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1	SiC 95	Al 4	Si 1	35	780	Al 4	Si 1.0	0.2
2	SiC 94	Al 5	Si 1	34	780	5	Si 1.0	"
3	SiC 79	Al 20	Si 1	33	750	20	Si 1.0	"
4	SiC 59	Al 40	Si 1	33	720	40	Si 1.0	"
5	SiC 39	Al 60	Si 1	32	700	60	Si 1.0	"
6	SiC 19	Al 80	Si 1	30	680	80	Si 1.0	"
7	SiC 15	Al 84	Si 1	30	680	84	Si 1.0	"
8	SiC 59	Al 40	Sn 1	33	720	40	Sn 1.0	"
9	SiC 59	Al 40	Ti 1	33	720	40	Ti 1.0	"
10	SiC 59	Al 40	Zn 1	33	720	40	Zn 1.0	"
11	SiC 59	Al 40	Mn 1	33	720	40	Mn 1.0	"
12	SiC 55	Al 40	Mn 5	33	720	40	Mn 5.0	"
13	SiC 54	Al 40	Mn 6	33	720	40	Mn 6.0	"
14	SiC 58	Al-3Mg12	-	33	720	40	Mg 1.3	"
15	SiC 58	Al-5Si12	-	33	720	40	Si 2.1	"
16	SiC 58	Al-5Li12	-	33	720	40	Li 1.3	"
17	SiC 58	Al 40	Si 2	33	720	40	Si 2.0	"
18	AlN 79	Al-3Mg21	-	33	750	20	Mg 0.6	"
19	AlN 57	Al 40	Si 3	34	720	40	Si 3.0	"
20	AlN 52	Al 45	Mn 3	33	700	45	Mn 3.0	"
21	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 79	Al-3Mg21	-	34	750	20	Mg 0.6	"
22	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 57	Al 40	Si 3	34	720	40	Si 3.0	"
23	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> 79	Al-5Si121	-	34	750	20	Si 1.1	"
24	BN 57	Al 40	Si 3	33	720	40	Si 3.0	"
25	BN 58	Al-5Si12	-	34	730	40	Si 2.1	"
26	BN 53	Al-5Li17	-	35	700	45	Li 2.4	"
*27	SiC 59	Al 40	Si 1	33	720	40	Si 1.0	"

\*印は本発明の比較例  
 注) 合金組成の第二成分の量は上記の数値である。例えば  
 No. 1 では、SiC量は94.8重量%である。

No.	外周寸法 のパラツ キ幅(mm)	反り (mm)		密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱膨張 係数 (ppm/°C)	熱伝 導率 (W/mK)
		Niメッキ前	Niメッキ後			
1	0.03	0.03	0.03	3.16	5.2	264
2	0.03	0.03	0.03	3.15	5.3	262
3	0.03	0.03	0.03	3.07	6.6	260
4	0.02	0.02	0.02	2.97	8.7	257
5	0.02	0.02	0.02	2.87	12.9	253
6	0.03	0.03	0.03	2.77	17.0	246
7	0.03	0.03	0.03	2.76	18.5	244
8	0.02	0.02	0.02	2.99	8.5	249
9	0.02	0.02	0.02	2.98	8.5	250
10	0.02	0.02	0.02	2.99	8.5	250
11	0.02	0.02	0.02	3.00	8.5	248
12	0.02	0.02	0.02	3.06	8.4	249
13	0.02	0.03	0.03	3.08	8.3	235
14	0.02	0.02	0.02	2.94	8.7	256
15	0.02	0.02	0.02	2.96	8.7	265
16	0.02	0.02	0.02	2.81	8.7	255
17	0.03	0.03	0.03	2.96	8.4	253
18	0.03	0.03	0.03	3.20	6.7	199
19	0.03	0.03	0.03	2.98	10.0	207
20	0.03	0.03	0.03	3.03	11.0	218
21	0.02	0.03	0.03	3.21	5.2	55
22	0.02	0.02	0.02	3.04	8.3	99
23	0.02	0.02	0.02	3.22	5.1	53
24	0.02	0.02	0.02	2.41	10.2	275
25	0.02	0.02	0.02	2.41	10.4	284
26	0.02	0.02	0.02	2.38	11.4	270
*27	0.02	0.02	0.08	2.97	8.7	257

\*印は本発明の比較例

【0090】以上の結果より焼結法によって得られた本実施例のものは、溶浸法によって得られた実施例7のものに比べ、焼け上がりの状態の仕上げ寸法で若干バラツキが大きくなるものの、焼結法においても本発明の複合金部材は、焼成後切削加工のような重度の仕上げ加工をしなくても、実用上支障のないレベルの仕上げ寸法精度のものであることが分かる。また従来のように溶出面を選び、第一成分を同面に溶出させたものでは、同面の切削加工後のメッキ工程での加熱による部材の反りが大きくなり、歩留まりが顕著に低下することが分かる。

【0091】(実施例9) 実施例7のNo.4の組成の混合粉碎粉末を用い、実施例7と同様な手順で顆粒を調製し、図3に記載の外形で外寸の長さ・幅がともに30mm、内寸の長さ・幅がともに22mm、厚み4mmの形状の成形体を粉末プレスにより成形した。成形体の相対密度の高いコーナー部分と同密度の低い実肉部分との成形密度の差は、成形体の同平均密度値の上下0.2%以

内に収まっていた。その後実施例7と同様の手順でバインダーを除去した。得られた多孔体の空孔率は約44%であった。溶出防止剤として平均粒径2 $\mu$ mのTiO<sub>2</sub>粉末、溶浸促進剤として平均粒径8 $\mu$ mのAl粉末を用意し、30mm×4mmの側面に混在層を、残りの面には溶出防止剤のTiO<sub>2</sub>の層を刷毛で塗布形成した。TiO<sub>2</sub>とAlとの混在層については、両成分の重量比をTiO<sub>2</sub>:Alの比で①1:6、②1:4、③1:3、④1:1、⑤3:2、⑥2:1、⑦3:1の七段階に調製したものとし、各段階組成の混在層を形成した成形体を各30個ずつ作製した。次いで混在層形成面を下にし、図4のように成形体7を溶浸剤のAl板8の上に載せた状態で配置し、窒素気流中700°Cで1時間溶浸を行って複合金化した。

【0092】その後溶浸体にサンドブラストをかけて表面の付着物を除去した。この場合試料②~⑥のものについては簡単に除去できたが、特に③および④のものは、

布で擦る程度の摩擦で極めて簡単に除去された。試料①のものも比較的簡単に除去はできたが、以上のものに比べ混在層形成面上のA1の溶出粒が大きく、また試料⑦のものも簡単に除去できたが、30個中1個のものの混在層形成面上に顕微鏡で確認できる程度の微小な(数 $\mu$ mサイズ)浅いピンホールが数点確認された。このピンホールはその後のメッキ等の障害にはならなかった。全ての合金について、外観および破断面を確認したところ、欠け・空孔等の異常はなかった。また合金中のA1量は予定通りほぼ40重量%であった。内外径・厚みの寸法および反りとも実施例7の表6に記載程度の公差内に収まっていた。以上の点は実施例8の焼結法による試料No.4でも同様の効果の得られることを確認した。

【0093】(実施例10) 実施例7のNo.6と同様の合金組成・調製手順にて、図1のaの外形で平板状複合金部材(外寸の長さ・幅がともに40mm、厚み5mm)を作製した。この場合混在層の組成は、上記実施例9の④の組成比とし、溶出防止剤層はTiO<sub>2</sub>にて形成した。溶浸時の多孔体の混在層形成面は、成形時長さ・幅ともに40mmの面とし、溶浸剤のA1板をその上に配置する方式とした。また別途比較のため、同上段面に混在層を形成せず、溶浸剤を同面上に配置し、それ以外の面にはTiO<sub>2</sub>の溶出防止剤層を形成したもの(以下比較例試料cと言う)と、溶出防止剤層ならびに混在層を全く形成せず、同じく上段面に溶浸剤のA1板を配置したもの(以下比較例試料dと言う)も、同じ炉内にセットし同時に溶浸を行った。溶浸複合化後比較例試料cは、先ず溶浸剤を配置しA1が溶出した上段面のみ切削加工し、溶出部を除去した。比較例試料dについては、全面にA1が溶出しているため全面にわたって切削加工を行った。それ以外の本発明試料については、サンドブラストによって各面の仕上げを行った。いずれの試料についても仕上げ後の外観に欠陥等の異常は無く、各部の寸法についても全て実施例7の表6に記載程度の公差内に収まっていた。次いで成形時長さ・幅ともに40mmとした一方の面上に厚み約2 $\mu$ mのNiメッキ層を形成(メッキ後加熱焼成)したところ、いずれの試料もメッキ面にはメッキ層の膨れ・変色・むら等の異常は無く、また密着強度についても問題はなかった。次につば部を中心にして反りの大きさを確認した。その結果全面切削加工した上記試料cおよび上段面のみ切削加工した上記試料dは、いずれもつば部に0.09mm程度の反りが見られたが、本発明品の反りは0.04mm程度に収まっていた。

【0094】次いで全面切削加工品と本発明品とを図9にその断面構造を示した熱膨張係数が11ppm/°Cのプラスチック製の枠2を有するマイクロプロセッサ用のパッケージに基板1として組み込んだものをそれぞれ

100セット用意し、-65°C×10分と150°C×10分の昇降温を繰り返すヒートサイクルを200回行ったところ、全面切削加工をした上記試料cでは、150回目でプラスチック枠2との間の同複合金側に微小な部分亀裂のあるものが2個確認された。また一面切削加工した上記試料dでは、200回目終了後同じプラスチック枠2との間の同複合金側に微小な部分亀裂のあるものが2個確認された。しかしながら本発明品のものには、そのような異常は全く無かった。

【0095】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によればAg、CuおよびA1を含む第一成分と、これらよりも高い融点を有するW、Mo、Cr、WC、SiC、AlN等を含む第二成分からなる所望の寸法精度の複合金部材が、焼成複合化後重度の機械加工を行うことなく得られる。したがって従来に比べ安価に製造することができる。また切削加工等の重度の機械加工がされないため、製品内の残留歪みが小さく、他部材と組合わせる組立時や実用時での冷熱負荷による変形・損傷が小さい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明複合金部材の一外形事例を示す図である。

【図2】本発明複合金部材の一外形事例を示す図である。

【図3】本発明複合金部材の一外形事例を示す図である。

【図4】本発明での溶浸時における品物のセット事例を示す図である。

【図5】本発明複合金部材の一外形事例を示す図である。

【図6】本発明複合金部材を用いたマイクロプロセッサ用パッケージの事例を示す図である。

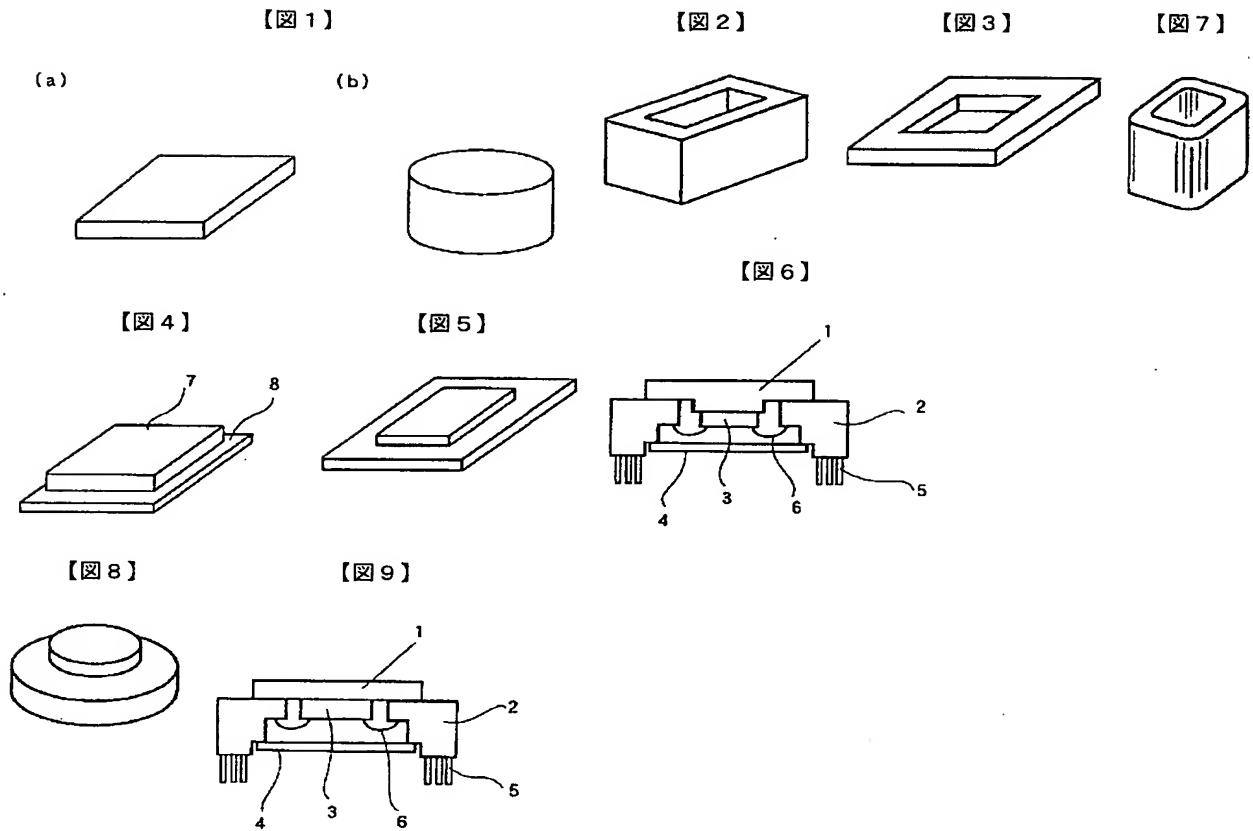
【図7】本発明複合金部材の一外形事例を示す図である。

【図8】本発明複合金部材の一外形事例を示す図である。

【図9】本発明複合金部材を用いたマイクロプロセッサ用パッケージの事例を示す図である。

【符号の説明】

- 1、複合金からなる放熱基板
- 2、アルミナまたはプラスチックの枠
- 3、半導体チップ
- 4、キャップ
- 5、ピン
- 6、リード
- 7、成形体
- 8、溶浸剤の板



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6  
C 2 2 C 1/10

識別記号

F I  
C 2 2 C 1/10

G

(72) 発明者 安部 誘岳  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 福井 彰  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内